

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-260632

(43)Date of publication of application : 16.09.1992

(51)Int. Cl.

C03B 37/018

C03B 8/04

C03B 20/00

G02B 6/00

(21)Application number : 03-042751

(71)Applicant : FUJIKURA LTD

(22)Date of filing : 14.02.1991

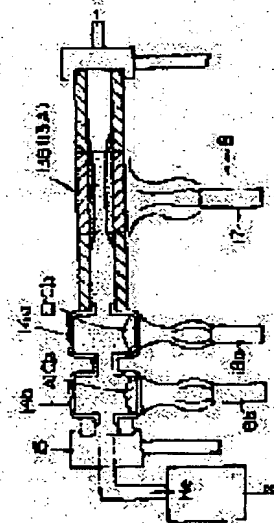
(72)Inventor : TANAKA TAICHIRO  
WADA AKIRA  
SAKAITETSUYA  
YAMAUCHI RYOZO

## 54) PRODUCT ON OF OPTICAL FIBER CONTAINING RARE EARTHS ADDED THERETO

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To improve addition efficiency by depositing a porous soot in the interior of a starting quartz tube, then impregnating the deposited soot with sublimed rare earths in the vapor phase, sintering the impregnated soot and transparently vitrifying the impregnated soot.

**CONSTITUTION:** A soot deposited in the interior of a soot deposited quartz tube [13A (13B)] is dehydrated by heating with an oxyhydrogen torch 17 to provide a porous state. An additive of a rare earth compound such as ErCl<sub>3</sub> in a sublimation chamber (14a) and an additive such as AlCl<sub>3</sub> in a sublimation chamber (14b) are respectively heated with subliming burners (18a) and (18b), sublimed, converted into a vapor-phase state, fed into a soot quartz tube [13A (13B)] with a feeding gas such as He, impregnated into the soot and then heated with the oxyhydrogen torch 17. Thereby, the soot is sintered while moving the oxyhydrogen torch 17 in the direction of an arrow (B). As a result, a transparent quartz tube doped with the additives is obtained, further heated at a high temperature and collapsed to afford the objective preform for the optical fiber containing the rare earths added thereto.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-260632

(43) 公開日 平成4年(1992)9月16日

(51) Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 3 B 37/018	B	8521-4G		
8/04		6971-4G		
20/00		6971-4G		
G 0 2 B 6/00	3 5 6 A	7036-2K		

審査請求 未請求 請求項の数1(全11頁)

(21) 出願番号 特願平3-42751

(22) 出願日 平成3年(1991)2月14日

(71) 出願人 000005186

藤倉電線株式会社

東京都江東区木場1丁目5番1号

(72) 発明者 田中 大一郎

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式会社佐倉工場内

(72) 発明者 和田 朗

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式会社佐倉工場内

(72) 発明者 福井 哲弥

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式会社佐倉工場内

(74) 代理人 弁理士 志賀 正武 (外2名)

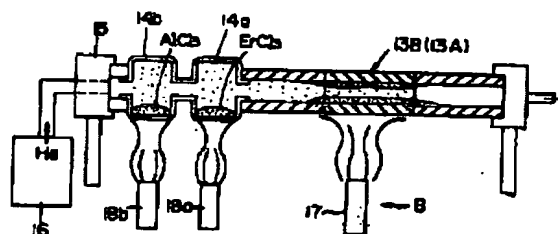
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 希土類添加光ファイバの製造方法

(57) 【要約】

【構成】 出発石英管13の一方の開口側に添加剤昇華用チャンバ14a, 14bを連結させたものを用意し、出発石英管13の内側部分に、多孔質のスートを堆積させた後、該昇華用チャンバ14a, 14b内に収容された添加剤それぞれ( $ErCl_3$ ,  $AlCl_3$ )を加熱して、昇華した気相の添加剤( $Er$ ,  $Al$ )を前記スート内に含浸させ、しかる後添加剤が含浸されたスートを、透明ガラス化する。

【効果】 添加剤を高濃度に添加できるので波長一利得特性が大きく改善され、広い帯域の光増幅器に應用できる。また添加剤ドーピング時間が短時間でよいので、添加剤の昇華量を均一に保持でき、スート内に添加される添加剤の濃度が均一化され、さらにスート透明化の際に気泡が発生しにくくなる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 出発石英管内にCVD法により多孔質状態の石英ガラススートを堆積するとともに、該スートに希土類元素を添加し、この後、該出発石英管を加熱して該スートを熔融し、上記希土類元素を含有する透明なガラス層とし、さらに該出発石英管を加熱し、中実化してブリフォームを形成する希土類添加光ファイバの製造方法において、上記出発石英管の一方の開口側に少なくとも1つの添加剤昇華用チャンバを建設させたものを用意し、出発石英管の内側部分に、多孔質のスートを堆積させた後、該昇華用チャンバ内に収容された添加剤を加熱して、昇華した気相の添加剤を前記スート内に含浸させ、しかる後添加剤が含浸されたスートを、透明ガラス化することを特徴とする希土類添加光ファイバの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、光ファイバによる光の直接増幅等の光ファイバ技術に応用される、エルビウム等の希土類元素を含む希土類添加光ファイバの製造方法に関し、特に常温で固体状態の添加剤の添加効率を向上せしめたファイバの製造方法である。

## 【0002】

【従来の技術】 昨今注目されている光ファイバ技術として、希土類金属を添加した光ファイバによる光の直接増幅がある。図9は、その増幅技術の一例を示すものであって、この図に示された増幅器は、希土類金属を添加した光ファイバ1（特に有望なものとしては、波長1.55μm帯の光増幅を目的したエルビウム（Er）添加単一モードファイバである。）に、光カプラ2を用いて励起光源3からの励起光と信号光4とを入射し、励起光で励起された希土類イオンのエネルギーが誘導放出によって信号光に与えられ、増幅された光がファイバ通信路5に伝送される構成になっている。

【0003】 従来、上記希土類添加光ファイバの母材を製造する方法として、以下に示すCVD法とVAD法による方法が知られている。例えば図10に示す方法は、添加しようとする金属のハロゲン化物（例えばNdCl<sub>3</sub>やErCl<sub>3</sub>）を昇華させて得られる気体とHeとの混合ガスを、出発石英管6内部のCVD反応ゾーンに導入しながらスート7を堆積することによりNdやEr等の添加物をスート7内に添加し、さらにこれを中実化してコア中にNdやErを含有する光ファイバ母材を作製する方法（CVD—気相法）である。

【0004】 一方、上記NdCl<sub>3</sub>やErCl<sub>3</sub>が、水やアルコールに可溶であることを利用して、これらNdCl<sub>3</sub>やErCl<sub>3</sub>をエタノール等に溶解した添加剤溶液を調製し、この添加剤溶液を上記石英管6のスート7の部位に含浸し、さらにこれを乾燥させた後に、バーナー7で焼結させてスート7にNdやErを添加する方法（C

VD—液相法）も知られている。

【0005】 またVAD法では、例えば図11に示すように、スートを堆積した石英ガラスロッド9のスート堆積部分10を、Heと固体状態のNdCl<sub>3</sub>やErCl<sub>3</sub>を昇華させて得られる気体の混合雰囲気中で焼結する方法（VAD—気相法）が知られている。

【0006】 一方、スートを堆積した石英ガラスロッド9のスート堆積部分10に、NdCl<sub>3</sub>やErCl<sub>3</sub>をエタノール等に溶解した添加剤溶液を含浸させ、乾燥後焼結する方法（VAD—液相法）も知られている。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記CVD法のうち前者の方法（CVD—気相法）にあっては、スートの堆積に長時間かかり、かつ固体状態のNdCl<sub>3</sub>およびErCl<sub>3</sub>を昇華させる際に与える熱量の制御が非常に困難であるため、CVD反応ゾーンに流入する混合ガス中のNdCl<sub>3</sub>ガスやErCl<sub>3</sub>ガス分圧を長時間均一することが極めて困難である。このためNdやErが均一に添加されたスートが得られないという問題があった。またスート堆積時間が長くなると添加剤が固体のままCVD反応ゾーンにまで流れる傾度が増し、気泡発生の原因となる問題があった。

【0008】 また、後者の方法（CVD—液相法）にあっては、エタノール等の溶媒に対し溶解させることができるNdCl<sub>3</sub>およびErCl<sub>3</sub>の量は、当然その溶解度に見合った限度があり、その限度を超えてNdやErを添加することは不可能であった。

【0009】 また、上記VAD法のうち前者の方法（VAD—気相法）にあっては、スートの焼結に長時間（2～5時間）必要であるが、その焼結操作の間、添加剤を一定量で昇華させる事は極めて困難であるため、添加剤を石英ロッドの長手方向に均一に添加する事は難しいという問題があった。

【0010】 また、後者の方法（VAD—液相法）にあっては、スートを添加剤溶液に浸す際にスート割れを起こす事があるという問題があった。

【0011】 一方、最近光ファイバ中にErとともにAlを添加して光ファイバ型の光増幅器の波長特性を改善する方法が盛んに行なわれている。この方法により、ErとAlを添加された光ファイバは、図12に示す波長—利得特性グラフからも明らかのように、コア中にEr等の希土類金属のみを添加してなる光ファイバに比べ、利得波長特性がより優れていることが知られている。またEr等の希土類金属のみを添加してなる光ファイバを、前述した図10に示す光増幅器に応用する場合に、100ppmを超える高濃度のErを含有する光ファイバを用いると、本来Erイオンの誘導放出によって信号光4に与えられるべき励起エネルギーをErイオン同士で授受する現象（コ・オベレーティブ・アップ・コンバージョン効果）を起こす不都合があったが、Alを共添

3

加するとこの現象が起きないことも知られている。

【0012】しかしながら、上記スート中へのA1の添加を上記した2つのCVD法および2つのVAD法により行った場合も、上記した希土類添加の際と同様の理由により、高濃度かつ均一に添加することが非常に困難であった。

【0013】本発明は上記事情に鑑みなされたもので、常温で固体状態の希土類金属やAl等の金属を、石英管に堆積したスート中に高濃度かつ均一に添加することのできる希土類添加光ファイバの製造方法を提供することを目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】かかる課題は、出発石英管内にCVD法により多孔質状態の石英ガラススートを堆積するとともに、該スートに希土類元素を添加し、この後、該出発石英管を加熱して該スートを溶融し、上記希土類元素を含有する透明なガラス層とし、さらに該出発石英管を加熱し、中実化してプリフォームを形成する希土類添加光ファイバの製造方法において、上記出発石英管の一方の開口側に少なくとも1つの添加剤昇華用チャンバを連設させたものを用意し、出発石英管の内側部分に、多孔質のスートを堆積させた後、該昇華用チャンバ内に収容された添加剤を加熱して、昇華した気相の添加剤を前記スート内に含浸させ、しかる後添加剤が含浸されたスートを、透明ガラス化することにより解決される。

【0015】以下、本発明の希土類添加光ファイバの製造方法の一例を詳細に説明する。

【0016】まず、図1に示すようにフッ素等をドーブしたフッ素ドーブ石英管11の両端に、このフッ素ドーブ石英管11と外径および内径が同じ純粋石英管12、12の各々端部を、その外径を合わせて溶融接合して石英管13を作製する。

【0017】次に、図2に示すように上記石英管13の一方の開口に連通する2つの昇華用チャンバ14aと14bを連設する。なおこの昇華用チャンバ14a内にはErCl<sub>3</sub>を入れ、14bにはAlCl<sub>3</sub>等の添加剤をあらかじめ入れておく。

【0018】次に、昇華用チャンバ14a、14bを連設した石英管13を図3に示すようにガラス旋盤15に設置し、さらにガス送入装置16によって、この石英管13管内にSF<sub>6</sub>等のエッチングガスを、酸素をキャリアガスとして送入し、同時に上記石英管13管内のスート堆積部分となる部分を、石英管13の直下に備えた酸素トーチ17を矢印Bに示す石英管13の長手方向に移動させつつ加熱して石英管13内面のエッチングを行う。

【0019】エッチング終了後、図4に示すようにエッチングガスの送入を停止し、続いてSiCl<sub>4</sub>を酸素をキャリアガスとしてガス送入装置16により石英管13

4

管内に送入し、石英管13表面が1100~1300℃程度となるように酸素トーチ17の火力を調節しながら酸素トーチ17を矢印B方向に移動させて石英管13管内にスートを堆積させた石英管13Aを作製する。

【0020】続いて、図5に示すようにガス送入装置16からヘリウムガスとC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>ガスを石英管13A内のスート堆積部分に流し入れるとともに、昇華用チャンバ14aおよび14b内部が190~210℃程度となるように、上記昇華用チャンバ14a、14bのそれぞれ直下に備えた加熱バーナー18a、18bで上記各昇華用チャンバを加熱して、上記各昇華用チャンバ内部の添加剤を脱水する。

【0021】さらに上記の添加剤脱水操作を行いつつ酸素トーチ17を矢印B方向に移動させ、石英管13A管内に堆積したスートの脱水を行う。なおこのスート脱水時の酸素トーチ17の火力は、石英管13Aの表面温度が650~750℃程度となるように調節する。

【0022】次に、上記添加剤並びにスートの脱水操作後、図6に示すようにガス送入装置16操作して石英管13AへのC<sub>2</sub>H<sub>2</sub>ガスの流入を停止させる。次に加熱バーナー18aの火力を昇華用チャンバ14a内が930~970℃程度となるように調節し、かつ加熱バーナー18bの火力を昇華用チャンバ14b内が240~260℃程度となるように調節し、昇華用チャンバ14a内のErと14b内のAlとを昇華させてそれぞれ気体状態とし、さらにこれら気体状態の添加剤を石英管13A内のスート堆積部分に送り込んで含浸させる。さらにその後、酸素トーチ17の火力を、石英管13Aの表面温度が1700~1900℃程度となるように調節し、さらに酸素トーチ17を石英管13Aの長手方向に移動させながらスートを焼結して添加剤のドーブされた透明な石英管13Bを作製する。

【0023】次に、図7に示すように酸素トーチ17により高温で加熱して石英管13Bを収縮させて石英管13Bを中実化し、添加剤が添加されたコア19を有する光ファイバ母材20を作製する。

【0024】本例の希土類添加光ファイバの製造方法にあっては、以上述べたように2種の添加剤(ErCl<sub>3</sub>とAlCl<sub>3</sub>)を各々出発石英管の一方の開口部に連設した昇華用チャンバ内に入れ、これらを昇華させて気体状態とし、さらにこれら気体状態の添加剤をスート堆積部分にドーブし、しかる後添加剤が含浸されたスートを透明ガラス化し、これにより得られた石英管を中実化して光ファイバ母材を作製する構成としたので、光ファイバ母材のコアに高濃度のErとAlを添加することができ、従ってこの希土類添加光ファイバの製造方法により作製された光ファイバ母材は波長-利得特性が大きく改善されるため、非常に広い帯域の光増幅器に応用できる。

【0025】また本例の希土類添加光ファイバの製造方

5

法においては、ErとAlとを添加剤として用いるので、本法により製造した光ファイバ母材には、Alが共添加されることとなり、この光ファイバ母材よりなる光ファイバを用いた光増幅器では、コ・オペレーティブ・アップ・コンバージョン効果が抑制される。

【0026】

【実施例】 上述した本発明の光ファイバの製造方法の一例に基づいて光ファイバを製造した。

【0027】 まず外径26mm、内径20mm、長さ200mmのフッ素ドーブ石英管11を1本と、このフッ素ドーブ石英管11と外径および内径が同じ純粋石英管12、12の各々端部を、その外径を合わせて溶融接合して石英管13を作製した。

【0028】 次に、図2に示すように上記石英管13の一方の開口に連通する2つの昇華用チャンバ14aと14bを連設した。なおこの昇華用チャンバ14a内にはErCl<sub>3</sub>を5g入れ、14bにはAlCl<sub>3</sub>を10gを入れておいた。

【0029】 次に、昇華用チャンバ14a、14bを連設した石英管13を図3に示すようにガラス旋盤15に設置し、さらにガス送入装置16によって、毎分100mlのSF<sub>6</sub>と毎分2000mlの酸素とをこの石英管13管内に送入し、同時に上記石英管13管内のスート堆積部となる部分を、石英管13の直下に備えた酸水素トーチ17を矢印Bに示す石英管13の長手方向に移動させつつ加熱して石英管13内面のエッチングを行った。

【0030】 エッチング終了後、図4に示すようにエッチングガスの送入を停止し、続いて15℃に保ったSiCl<sub>4</sub>を毎分590mlの酸素でバブリングして得た気体を送入装置16により石英管13管内に送入した。また、この時石英管13表面が1200℃程度となるように酸水素トーチ17の火力を調節しながら酸水素トーチ17を矢印B方向に移動させて石英管13管内にスートを堆積させた石英管13Aを作製した。

【0031】 続いて、図5に示すようにガス送入装置16から毎分2000mlヘリウムガスと、毎分50mlの酸素とを石英管13A内のスート堆積部分に流し入れるとともに、昇華用チャンバ14aおよび14b内部が200℃程度となるように、上記昇華用チャンバ14a、14bのそれぞれ直下に備えた加熱バーナー18a、18bで上記各昇華用チャンバを加熱して、上記各昇華用チャンバ内部の添加剤を脱水した。

【0032】 さらに上記の添加剤脱水操作を行いつつ酸水素トーチ17を矢印B方向に移動させ、石英管13A管内に堆積したスートの脱水を行った。なおこのスート脱水時の酸水素トーチ17の火力は、石英管13Aの表面温度が700℃程度となるように調節した。

【0033】 次に、上記添加剤並びにスートの脱水操作後、図6に示すようにガス送入装置16操作して石英管

6

13AへのCl<sub>2</sub>ガスの流入を停止させた。次に加熱バーナー18aの火力を昇華用チャンバ14a内が950℃程度となるように調節し、かつ加熱バーナー18bの火力を昇華用チャンバ14b内が250℃程度となるように調節し、昇華用チャンバ14a内のErと14b内のAlとを昇華させてそれぞれ気体状態とし、さらにこれら気体状態の添加剤を石英管13A内のスート堆積部分に送り込んで含浸させた。さらにその後、酸水素トーチ17の火力を石英管13Aの表面温度が1800℃程度となるように調節し、さらに酸水素トーチ17を石英管13Aの長手方向に移動させながらスートを焼結して添加剤のドーブされた透明な石英管13Bを作製した。

【0034】 次に、図7に示すように酸水素トーチ17により高温で加熱して石英管13Bを収縮させて石英管13Bを中実化し、添加剤が添加されたコア19を有する光ファイバ母材20を作製した。

【0035】 上記光ファイバ母材20のコア19をEPMA法でAlの濃度分布を測定した結果、このコア19の径方向及び長手方向ともに4wt・%の濃度で均一に添加されていることが判った。なお、上記本実施例において作製した光ファイバ母材20を用いて作製した光増幅用光ファイバの波長利得特性を図8に示す。

【0036】

【発明の効果】 以上述べたように、本発明の希土類添加光ファイバの製造方法にあつては、出発石英管の内部にスートを堆積させ、続いてこのスート堆積石英管の堆積スートに昇華用チャンバ内で昇華させて気体状態とした添加剤を送り込んで気相の添加剤を前記スート内に含浸させ、しかる後スートを焼結して透明化した石英管を作製し、さらにこの透明化した石英管を中実化して光ファイバ母材を作製する構成としたので、光ファイバ母材のコアに高濃度の添加剤を添加することができる。従つて本発明の希土類添加光ファイバの製造方法により作製された光ファイバは波長利得特性が大きく改善されるため、非常に広い帯域の光増幅器に応用できる。

【0037】 また添加剤ドーブ時間が短時間でよいので、添加剤を昇華させておく時間も短くて済み、このため添加剤の昇華量を均一に保持する事が容易となる。従つてスート内に添加される添加剤の濃度が均一化される。また、添加剤を昇華させておく時間が短いと、添加剤が固体状態のままCVD反応ゾーンに送り込まれる割合が極めて少なくなため、スート透明化の際に気泡が発生しにくくなる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明に係る希土類添加光ファイバ製造方法の一例に用いる出発石英管の縦断面図である。

【図2】 図1中符号13で示す石英管の一方の開口に昇華用チャンバ14a、14bを連設した状態を示す図である。

【図3】 本発明の希土類添加光ファイバ製造方法におい

7

て好適に用いられる装置を示す概略図である。

【図4】本発明の希土類添加光ファイバ製造方法におけるスート堆積操作を説明するための図である。

【図5】図4中符号13Aで示される石英管内に堆積させたスートおよび符号14a、14bで示される昇華用チャンバ内の添加剤の脱水操作を説明するための図である。

【図6】添加剤を昇華させてスート中に含浸させる操作を説明するための図である。

【図7】図6中符号13Bで示される石英管を中実化させる操作を説明するための図である。

【図8】実施例において作製した光ファイバ母材20を用いて作製した光増幅用光ファイバの波長利得特性を示すグラフである。

【図9】従来行われている希土類添加光ファイバを用いた光の直接増幅技術の一例を示す図である。

8

【図10】従来のCVD—気相法を用いた希土類添加光ファイバの製造方法を説明するための図である。

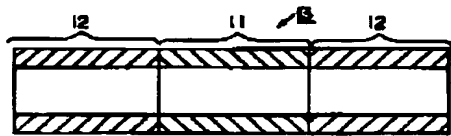
【図11】従来のVAD—気相法を用いた希土類添加光ファイバの製造方法を説明するための図である。

【図12】コアにErを添加してなる光ファイバと、コアにErとAlとを添加してなる光ファイバの波長利得特性を比較するためのグラフである。

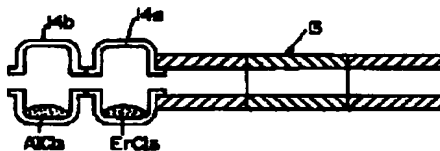
【符号の説明】

- 11 フッ素ドープ石英管
- 12 純粋石英管
- 13 石英管
- 13A スート堆積石英管
- 14a 昇華用チャンバ
- 14b 昇華用チャンバ
- 20 光ファイバ母材

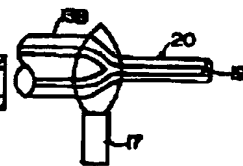
【図1】



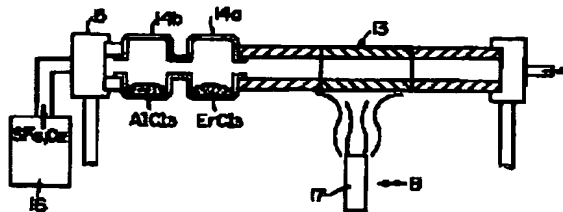
【図2】



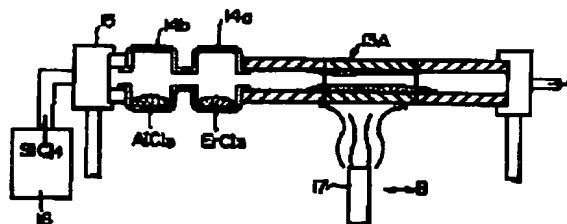
【図10】



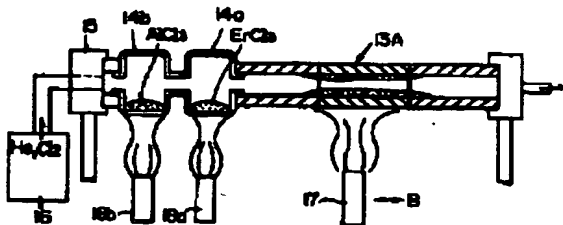
【図3】



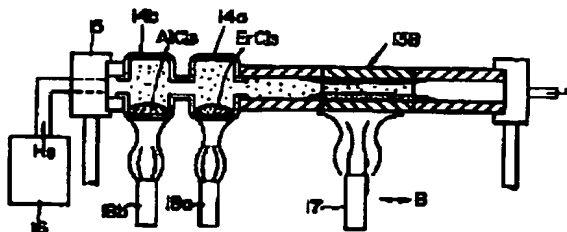
【図4】



【図5】



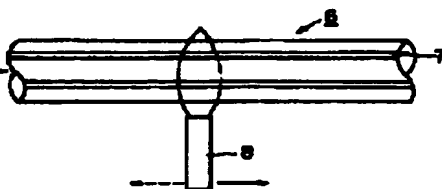
【図6】



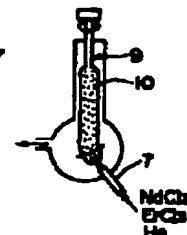
【図7】



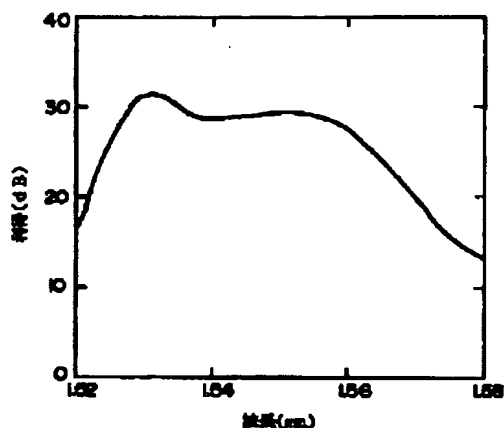
【図8】



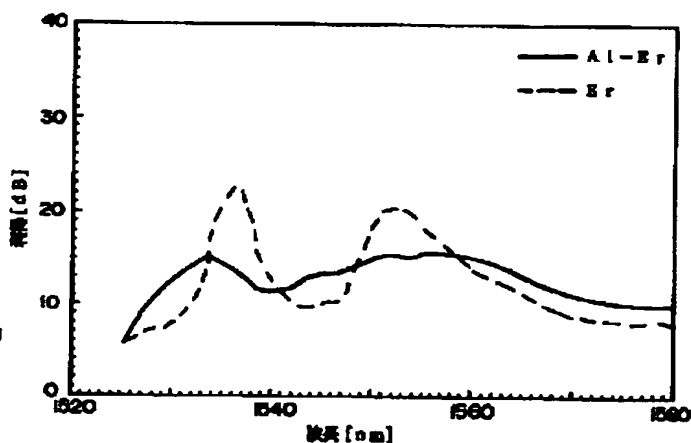
【図9】



【図11】



【図12】



## 【手続補正書】

【提出日】平成3年12月9日

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】発明の詳細な説明

【補正方法】変更

【補正内容】

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、光ファイバによる光の直接増幅等の光ファイバ技術に応用される、エルビウム等の希土類元素を含む希土類添加光ファイバの製造方法に関し、特に常温で固体状態の添加剤の添加効率を向上せしめたファイバの製造方法である。

【0002】

【従来の技術】昨今注目されている光ファイバ技術として、希土類金属を添加した光ファイバによる光の直接増幅がある。図9は、その増幅技術の一例を示すものであって、この図に示された増幅器は、希土類金属を添加した光ファイバ1（特に有価なものとしては、波長1.5

5  $\mu$ m帯の光増幅を目指したエルビウム（Er）添加単一モードファイバである。）に、光カプラ2を用いて励起光源3からの励起光と信号光4とを入射し、励起光で励起された希土類イオンのエネルギーが誘導放出によって信号光に与えられ、増幅された光がファイバ通信路5に伝送される構成になっている。

【0003】従来、上記希土類添加光ファイバの母材を製造する方法として、以下に示すCVD法とVAD法による方法が知られている。例えば図10に示す方法は、添加しようとする金属のハロゲン化物（例えばNdCl<sub>3</sub>やErCl<sub>3</sub>）を昇華させて得られる気体とHeとの混合ガスを、出発石英管6内部のCVD反応ゾーンに導入しながらスート7を増径することによりNdやEr等の添加物をスート7内に添加し、さらにこれを中実化してコア中にNdやErを含有する光ファイバ母材を作製する方法（CVD一気相法）である。

【0004】一方、上記NdCl<sub>3</sub>やErCl<sub>3</sub>が、水やアルコールに可溶であることを利用して、これらNdCl<sub>3</sub>やErCl<sub>3</sub>をエタノール等に溶解した添加剤溶液を



調製し、この添加剤溶液を上記石英管6のスート7の部位に含浸し、さらにこれを乾燥させた後に、パーナ-8で焼結させてスート7にNdやErを添加する方法(CVD-液相法)も知られている。

【0005】またVAD法では、石英ガラスロッドの先端に堆積されたスート堆積部分を、焼結炉内に導いて、Heと固体状態のNdCl<sub>3</sub>やErCl<sub>3</sub>を昇華させて得られる気体の混合雰囲気中で焼結する方法(VAD-気相法)が知られている。

【0006】一方、石英ガラスロッドの先端に堆積させたスート堆積部分に、NdCl<sub>3</sub>やErCl<sub>3</sub>をエタノール等に溶解した添加剤溶液を含浸させ、乾燥後焼結する方法(VAD-液相法)も知られている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記CVD法のうち前者の方法(CVD-気相法)にあっては、スートの堆積に長時間かかり、かつ固体状態のNdCl<sub>3</sub>およびErCl<sub>3</sub>を昇華させる際に与える熱量の制御が非常に困難であるため、CVD反応ゾーンに流入する混合ガス中のNdCl<sub>3</sub>ガスやErCl<sub>3</sub>ガス分圧を長時間均一することが極めて困難である。このためNdやErが均一に添加されたスートが得られないという問題があった。またスート堆積時間が長くなると添加剤が固体のままCVD反応ゾーンにまで流れる傾度が増し、気泡発生の原因となる問題があった。

【0008】また、後者の方法(CVD-液相法)にあっては、エタノール等の溶媒に対し溶解させることができるNdCl<sub>3</sub>およびErCl<sub>3</sub>の量は、当然その溶解度に見合った限度があり、その限度を超えてNdやErを添加することは不可能であった。

【0009】また、上記VAD法のうち前者の方法(VAD-気相法)にあっては、スートの焼結に長時間(2~5時間)必要であるが、その焼結操作の間、添加剤を一定量で昇華させる事は極めて困難であるため、添加剤を石英ロッドの長手方向に均一に添加する事は難しいという問題があった。

【0010】また、後者の方法(VAD-液相法)にあっては、スートを添加剤溶液に浸す際にスート割れを起こす事があるという問題があった。

【0011】一方、最近光ファイバ中にErとともにAlを添加して光ファイバ型の光増幅器の波長特性を改善する方法が盛んに行なわれている。この方法により、ErとAlを添加された光ファイバは、図11に示す波長利得特性グラフからも明かなように、コア中にEr等の希土類金属のみを添加してなる光ファイバに比べ、利得波長特性がより優れていることが知られている。またEr等の希土類金属のみを添加してなる光ファイバを、前述した図9に示す光増幅器に応用する場合に、100dbmを超える高濃度のErを含有する光ファイバを用いると、本来Erイオンの誘導放出によって信号光

4に与えられるべき励起エネルギーをErイオン同士で授受する現象(コ・オペレーティブ・アップ・コンバージョン効果)を起こす不都合があったが、Alを共添加するとこの現象が起きないことも知られている。

【0012】しかしながら、上記スート中へのAlの添加を上述した2つのCVD法および2つのVAD法により行った場合も、上述した希土類添加の際と同様の理由により、高濃度かつ均一に添加することが非常に困難であった。

【0013】本発明は上記事情に鑑みなされたもので、常温で固体状態の希土類金属やAl等の金属を、石英管に堆積したスート中に高濃度かつ均一に添加することのできる希土類添加光ファイバの製造方法を提供することを目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】かかる課題は、出発石英管内にCVD法により多孔質状態の石英ガラススートを堆積するとともに、該スートに希土類元素を添加し、この後、該出発石英管を加熱して該スートを溶融し、上記希土類元素を含有する透明なガラス層とし、さらに該出発石英管を加熱し、中実化してプリフォームを形成する希土類添加光ファイバの製造方法において、上記出発石英管の一方の開口側に少なくとも1つの添加剤昇華用チャンバを連設させたものを用意し、出発石英管の内側部分に、多孔質のスートを堆積させた後、該昇華用チャンバ内に収容された添加剤を加熱して、昇華した気相の添加剤を前記スート内に含浸させ、しかる後添加剤が含浸されたスートを、透明ガラス化することにより解決される。

【0015】以下、本発明の希土類添加光ファイバの製造方法の一例を詳細に説明する。

【0016】まず、図1に示すようにフッ素等をドープしたフッ素ドープ石英管11の両端に、このフッ素ドープ石英管11と外径および内径が同じ純粋石英管12、12の各々端部を、その外径を合わせて溶融接合して石英管13を作製する。

【0017】次に、図2に示すように上記石英管13の一方の開口に連通する2つの昇華用チャンバ14aと14bを連設する。なおこの昇華用チャンバ14a内にはErCl<sub>3</sub>を入れ、14bにはAlCl<sub>3</sub>等の添加剤をあらかじめ入れておく。

【0018】次に、昇華用チャンバ14a、14bを連設した石英管13を図3に示すようにガラス旋盤15に設置し、さらにガス送入装置16によって、この石英管13管内にSF<sub>6</sub>等のエッチングガスを、酸素をキャリアガスとして送入し、同時に上記石英管13管内のスート堆積部となる部分を、石英管13の直下に備えた酸素素トーチ17を矢印Bに示す石英管13の長手方向に移動させつつ加熱して石英管13内面のエッチングを行う。

【0019】エッチング終了後、図4に示すようにエッチングガスの送人を停止し、続いてS1C14を酸素をキャリアガスとしてガス送入装置16により石英管13管内に送入し、石英管13表面が1100～1300℃程度となるように酸素素トーチ17の火力を調節しながら酸素素トーチ17を矢印B方向に移動させて石英管13管内にスートを堆積させた石英管13Aを作製する。

【0020】続いて、図5に示すようにガス送入装置16からヘリウムガスとC12ガスとを石英管13A内のスート堆積部分に流し入れるとともに、昇華用チャンバ14aおよび14b内部が190～210℃程度となるように、上記昇華用チャンバ14a、14bのそれぞれ直下に備えた加熱バーナー18a、18bで上記各昇華用チャンバを加熱して、上記各昇華用チャンバ内部の添加剤を脱水する。

【0021】さらに上記の添加剤脱水操作を行いつつ酸素素トーチ17を矢印B方向に移動させ、石英管13A管内に堆積したスートの脱水を行う。なおこのスート脱水時の酸素素トーチ17の火力は、石英管13Aの表面温度が650～750℃程度となるように調節する。

【0022】次に、上記添加剤並びにスートの脱水操作後、図6に示すようにガス送入装置16操作して石英管13AへのC12ガスの流入を停止させる。次に加熱バーナー18aの火力を昇華用チャンバ14a内が930～970℃程度となるように調節し、かつ加熱バーナー18bの火力を昇華用チャンバ14b内が240～260℃程度となるように調節し、昇華用チャンバ14a内のErと14b内のAlとを昇華させてそれぞれ気体状態とし、さらにこれら気体状態の添加剤を石英管13A内のスート堆積部分に送り込んで含浸させる。さらにその後、酸素素トーチ17の火力を、石英管13Aの表面温度が1700～1900℃程度となるように調節し、さらに酸素素トーチ17を石英管13Aの矢印B方向に移動させながらスートを焼結して添加剤のドーブされた透明な石英管13Bを作製する。

【0023】次に、図7に示すように酸素素トーチ17により高温で加熱して石英管13Bを収縮させて石英管13Bを中実化し、添加剤が添加されたコア19を有する光ファイバ母材20を作製する。

【0024】本例の希土類添加光ファイバの製造方法にあっては、以上述べたように2種の添加剤(ErC13とAlC13)を各々出苑石英管の一方の開口部に連設した昇華用チャンバ内に入れ、これらを昇華させて気体状態とし、さらにこれら気体状態の添加剤をスート堆積部分にドーブし、しかる後添加剤が含浸されたスートを透明ガラス化し、これにより得られた石英管を中実化して光ファイバ母材を作製する構成としたので、光ファイバ母材のコアに高濃度のErとAlを添加することができ、従ってこの希土類添加光ファイバの製造方法により作製された光ファイバ母材は波長一利得特性が大きく

改善されるため、非常に広い帯域の光増幅器に応用できる。

【0025】また本例の希土類添加光ファイバの製造方法においては、ErとAlとを添加剤として用いるので、本法により製造した光ファイバ母材には、Alが共添加されることとなり、この光ファイバ母材よりなる光ファイバを用いた光増幅器では、コ・オパレーティブ・アップ・コンバージョン効果が抑制される。

【0026】

【実施例】上述した本発明の光ファイバの製造方法の一例に基づいて光ファイバを製造した。

【0027】まず外径26mm、内径20mm、長さ200mmのフッ素ドーブ石英管11を1本と、このフッ素ドーブ石英管11と外径および内径が同じ純粋石英管12、12の各々端部を、その外径を合わせて溶融接合して石英管13を作製した。

【0028】次に、図2に示すように上記石英管13の一方の開口に連通する2つの昇華用チャンバ14aと14bを連設した。なおこの昇華用チャンバ14a内にはErC13を5g入れ、14bにはAlC13を10gを入れておいた。

【0029】次に、昇華用チャンバ14a、14bを連設した石英管13を図3に示すようにガラス旋盤15に設置し、さらにガス送入装置16によって、毎分100mlのSF6と毎分2000mlの酸素とをこの石英管13管内に送入し、同時に上記石英管13管内のスート堆積部分となる部分を、石英管13の直下に備えた酸素素トーチ17を矢印Bに示す石英管13の長手方向に移動させつつ加熱して石英管13内面のエッチングを行った。

【0030】エッチング終了後、図4に示すようにエッチングガスの送人を停止し、続いて15℃に保ったS1C14を毎分530mlの酸素でバブリングして得た気体を送入装置16により石英管13管内に送入した。また、この時石英管13表面が1200℃程度となるように酸素素トーチ17の火力を調節しながら酸素素トーチ17を矢印B方向に移動させて石英管13管内にスートを堆積させた石英管13Aを作製した。

【0031】続いて、図5に示すようにガス送入装置16から毎分2000mlヘリウムガスと、毎分50mlの塩素とを石英管13A内のスート堆積部分に流し入れるとともに、昇華用チャンバ14aおよび14b内部が200℃程度となるように、上記昇華用チャンバ14a、14bのそれぞれ直下に備えた加熱バーナー18a、18bで上記各昇華用チャンバを加熱して、上記各昇華用チャンバ内部の添加剤を脱水した。

【0032】さらに上記の添加剤脱水操作を行いつつ酸素素トーチ17を矢印B方向に移動させ、石英管13A管内に堆積したスートの脱水を行った。なおこのスート脱水時の酸素素トーチ17の火力は、石英管13Aの表

面温度が700℃程度となるように調節した。

【0033】次に、上記添加剤並びにスートの脱水操作後、図6に示すようにガス送入装置16操作して石英管13AへのC12ガスの流入を停止させた。次に加熱バーナー18aの火力を昇華用チャンバ14a内が950℃程度となるように調節し、かつ加熱バーナー18bの火力を昇華用チャンバ14b内が250℃程度となるように調節し、昇華用チャンバ14a内のErと14b内のAlとを昇華させてそれぞれ気体状態とし、さらにこれら気体状態の添加剤を石英管13A内のスート堆積部分に送り込んで含浸させた。さらにその後、酸水素トーチ17の火力を石英管13Aの表面温度が1800℃程度となるように調節し、さらに酸水素トーチ17を石英管13Aの矢印B方向に移動させながらスートを焼結して添加剤のドーブされた透明な石英管13Bを作製した。

【0034】次に、図7に示すように酸水素トーチ17により高温で加熱して石英管13Bを収縮させて石英管13Bを中央化し、添加剤が添加されたコア19を有する光ファイバ母材20を作製した。

【0035】上記光ファイバ母材20のコア19をEPMA法でAlの濃度分布を測定した結果、このコア19の径方向及び長手方向ともに4wt・%の濃度で均一に添加されていることが判った。なお、上記本実施例において作製した光ファイバ母材20を用いて作製した光増幅用光ファイバの波長利得特性を図8に示す。

【0036】

【発明の効果】以上述べたように、本発明の希土類添加光ファイバの製造方法にあつては、出発石英管の内部にスートを堆積させ、続いてこのスート堆積石英管の堆積スートに昇華用チャンバ内で昇華させて気体状態とした添加剤を送り込んで気相の添加剤を前記スート内に含浸させ、しかる後スートを焼結して透明化した石英管を作製し、さらにこの透明化した石英管を中央化して光ファイバ母材を作製する構成としたので、光ファイバ母材のコアに高濃度の添加剤を添加することができる。従つて本発明の希土類添加光ファイバの製造方法により作製された光ファイバは波長一利得特性が大きく改善されるため、非常に広い帯域の光増幅器に応用できる。

【0037】また添加剤ドーブ時間が短時間でよいので、添加剤を昇華させておく時間も短くて済み、このため添加剤の昇華量を均一に保持する事が容易となる。従つてスート内に添加される添加剤の濃度が均一化される。また、添加剤を昇華させておく時間が短いと、添加剤が固体状態のままCVD反応ゾーンに送り込まれる頻度が極めて少なくなため、スート透明化の際に気泡が発生しにくくなる。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】図面の簡単な説明

【補正方法】変更

【補正内容】

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る希土類添加光ファイバ製造方法の一例に用いる出発石英管の縦断面図である。

【図2】図1中符号13で示す石英管の一方の開口に昇華用チャンバ14a、14bを連結した状態を示す図である。

【図3】本発明の希土類添加光ファイバ製造方法において好適に用いられる装置を示す概略図である。

【図4】本発明の希土類添加光ファイバ製造方法におけるスート堆積操作を説明するための図である。

【図5】図4中符号13Aで示される石英管内に堆積させたスートおよび符号14a、14bで示される昇華用チャンバ内の添加剤の脱水操作を説明するための図である。

【図6】添加剤を昇華させてスート中に含浸させる操作を説明するための図である。

【図7】図6中符号13Bで示される石英管を中央化させる操作を説明するための図である。

【図8】実施例において作製した光ファイバ母材20を用いて作製した光増幅用光ファイバの波長利得特性を示すグラフである。

【図9】希土類金属を添加した光ファイバによる光の直接増幅技術を説明するための図である。

【図10】従来のCVD法を用いた希土類添加光ファイバの製造方法を説明するための図である。

【図11】コアにErを添加してなる光ファイバと、コアにErとAlとを添加してなる光ファイバの波長一利得特性を比較するためのグラフである。

【符号の説明】

- 11 フッ素ドーブ石英管
- 12 純粋石英管
- 13 石英管
- 13A スート堆積石英管
- 14a 昇華用チャンバ
- 14b 昇華用チャンバ
- 20 光ファイバ母材

【手続補正3】

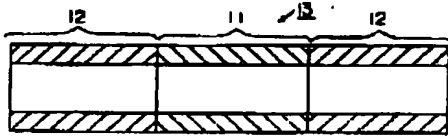
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】全図

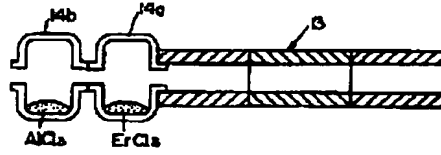
【補正方法】変更

【補正内容】

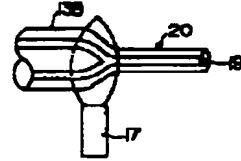
【図1】



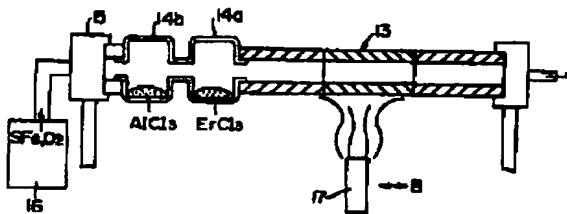
【図2】



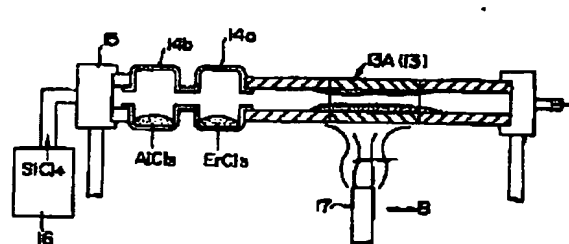
【図7】



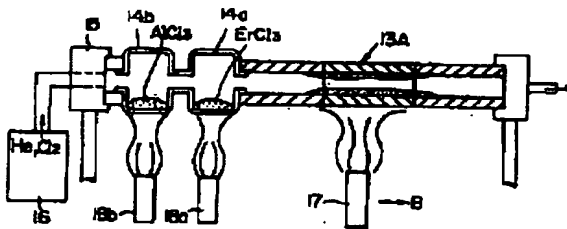
【図3】



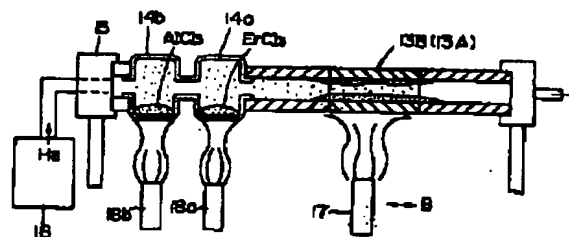
【図4】



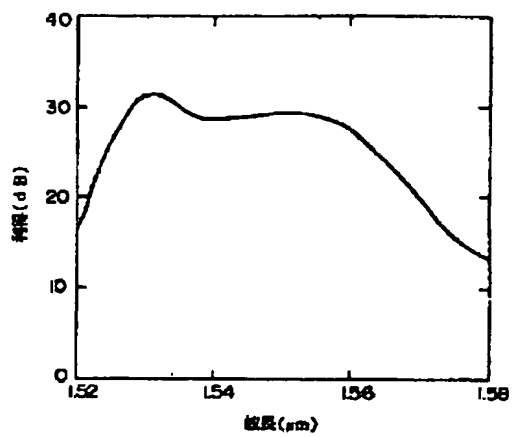
【図5】



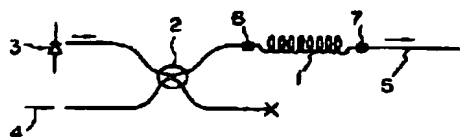
【図6】



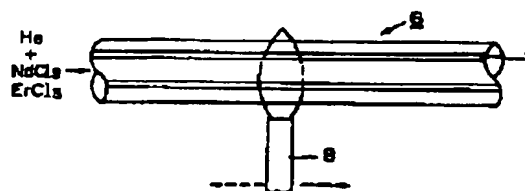
【図8】



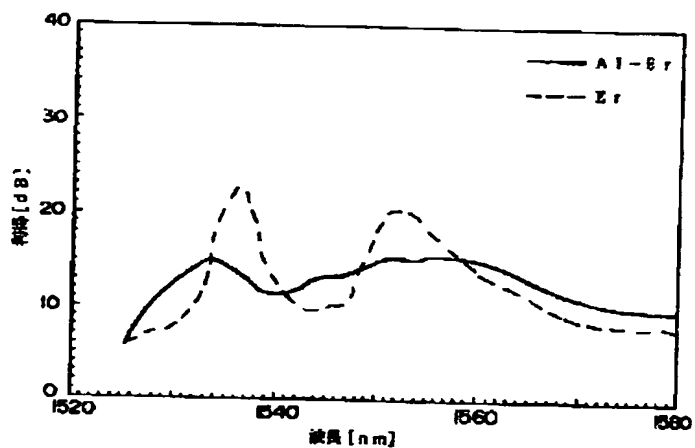
【図9】



【図10】



【図11】



フロントページの続き

(72)発明者 山内 良三

千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式  
会社佐倉工場内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☒ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**